

**TREATMENT OF METALLIC SURFACE OR THE LIKE**

Patent Number: JP2000336483  
Publication date: 2000-12-05  
Inventor(s): IMAMURA KEIJI; KAWASAKI TOSHIHARU; SHINADA TOMOHIRO  
Applicant(s): ASAHI CHEM IND CO LTD  
Requested Patent: ☒ JP2000336483  
Application Number: JP19990146345 19990526  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C23C18/02; C08F2/00; C23C22/62  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To prevent the adhesion of scales in a polymerizing device in the production of a synthetic resin by subjecting the surface of a metal essentially consisting of stainless steel or iron to heating treatment at a temp. equal to or above the specified one with an aq. soln. of alkali metal hydroxide or a mixed soln. of the pH equal to or above the specified one obtd. by mixing an aq. soln. of alkali metal hydroxide with an organic solvent and forming a coating film.

**SOLUTION:** The pH of the mixed soln. is  $\geq 8$ , and the heating treating temp. is  $\geq 50$  deg.C. As the surface treating soln., the one added with an organic solvent is more desirable, and a uniform coating film can be obtd. with alkali metal hydroxide of low concn. The weight ratio between the non-water soluble liq. and the hydroxide of alkali metal is preferably controlled to 100: (0.1 to 5.0). In the case heating treatment is executed at 100 to 150 deg.C while it is brought into contact with the non-water soluble solvent in succession to the surface treatment, the function of preventing the adhesion of scales furthermore improves. The adhesion of scales to a polymer can be prevented over a long period, and the intrusion of gels is less as well. It is suitable for the production of a synthetic resin from a monomer contd. unsaturated nitrile and aromatic vinyl.

---

Data supplied from the esp@cenet database - I2

**BEST AVAILABLE COPY**

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-336483

(P2000-336483A)

(43) 公開日 平成12年12月5日 (2000.12.5)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード <sup>*</sup> (参考)
C 2 3 C 18/02		C 2 3 C 18/02	4 J 0 1 1
C 0 8 F 2/00		C 0 8 F 2/00	4 K 0 2 2
C 2 3 C 22/62		C 2 3 C 22/62	4 K 0 2 6

審査請求 未請求 請求項の数11 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平11-146345

(22) 出願日 平成11年5月26日 (1999.5.26)

(71) 出願人 000000033

旭化成工業株式会社

大阪府大阪市北区堂島浜1丁目2番6号

(72) 発明者 今村 啓二

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(72) 発明者 川崎 敏晴

神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号

旭化成工業株式会社内

(74) 代理人 100108693

弁理士 鳴井 義夫 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 金属表面処理方法等

(57) 【要約】

【課題】 合成樹脂の製造において重合装置内のスケールの付着を防止し、長期あるいは繰り返し使用してもスケール付着防止機能が低下することの無い安定な皮膜を形成するための金属表面処理方法及びこの処理を施した重合装置及びこの装置を使用する重合体の製造方法を提供すること。

【解決手段】 アルカリ金属の水酸化物の水溶液、又はアルカリ金属の水酸化物の水溶液に有機溶剤を混合してなる混合液で、PHが8以上からなる混合液により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面を50℃以上の温度で加熱処理して、金属表面に皮膜を形成することを特徴とする金属表面の処理方法。

BEST AVAILABLE COPY

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 アルカリ金属の水酸化物の水溶液、又はアルカリ金属の水酸化物の水溶液に有機溶剤を混合してなる混合液で、PHが8以上からなる混合液により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面を50℃以上の温度で加熱処理して、金属表面に皮膜を形成することを特徴とする金属表面の処理方法。

【請求項2】 有機溶剤が非水溶性液体からなり、非水溶性液体(a)とアルカリ金属の水酸化物(b)とを、その重量比率が(a):(b)=100:0.01~10.0の割合で含有する混合液により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面を処理することを特徴とする請求項1記載の金属表面の処理方法。

【請求項3】 非水溶性液体(a)がケトン化合物であることを特徴とする請求項2記載の金属表面の処理方法。

【請求項4】 有機溶剤がケトン化合物(a')とアミノエタノール類(c)からなり、その重量比率が(a'):(c)=100:1~100である混合物(d)とアルカリ金属の水酸化物(b)とを、その重量比率(d):(b)が100:0.01~10.0となるよう含有した混合液により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面を処理することを特徴とする請求項1記載の金属表面の処理方法。

【請求項5】 有機溶剤がケトン化合物(a')とアミノエタノール類(c)とアルキルスルホキシド(e)からなり、その重量比率が(a'):(c):(e)=100:1~100:1~100である混合物(f)とアルカリ金属の水酸化物(b)とを、(f):(b)が100:0.01~10.0の割合で含有した混合液により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面を処理することを特徴する請求項1記載の金属表面の処理方法。

【請求項6】 ケトン化合物がシクロヘキサノンまたはメチルイソブチルケトン、アミノエタノール類がエタノールアミン、アルキルスルホキシドがジメチルスルホキシドであることを特徴とする、請求項3~5のいずれか1項に記載の金属表面の処理方法。

【請求項7】 請求項2~6のいずれか1項に記載の金属表面の処理方法に続いて、更に非水溶性溶媒と接触せしめながら100~150℃で加熱処理することを特徴とする金属表面の処理方法。

【請求項8】 請求項1~7のいずれか1項に記載の金属表面処理方法により金属表面に形成された皮膜層と、母材であるステンレス鋼または鉄を主成分とする金属とからなることを特徴とする金属系複合材料。

【請求項9】 合成樹脂を製造するための製造装置であって、重合反応器及び/又は原料や反応器を出た重合体を含む液体が接触する部分の一部またはすべてが、請求項8記載の金属系複合材料からなることを特徴とする、

合成樹脂の製造装置。

【請求項10】 請求項9の製造装置を使用することを特徴とする合成樹脂の製造方法。

【請求項11】 請求項10記載の製造方法において、合成樹脂が不飽和ニトリル及び芳香族ビニルを含む単量体から合成された樹脂であることを特徴とする合成樹脂の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面の処理方法及び合成樹脂の製造装置及びそれを使用する合成樹脂の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】合成樹脂を製造する際、重合体が重合装置に付着、滞留して変性することにより、単量体、重合溶媒、重合体に不溶化し、重合装置内にスケールとして蓄積するという問題がある。この重合装置内に生成したスケールが蓄積することにより、装置の熱伝導効率が低下し、安定に重合体が得られなくなるばかりでなく、スケールが徐々に剥離し製品中に混入することによって、その合成樹脂を用いた成形品に銀条痕が発生したり、製品の色調が悪化するという外観品質の悪化を引き起こす。

【0003】従来ビニル系単量体の重合における重合体スケール付着防止方法として、例えば特定の極性化合物(特公昭45-30343号公報)、芳香族アミン化合物(特開昭51-50887号公報)、芳香族アミン化合物の縮合物(特公昭60-30681号公報)、アミノナフタレン化合物の縮合物をスルホン化して得られる金属塩/又はアンモニウム塩とシリカゾルを含有するもの(特開平9-87304号公報)等をスケール付着防止剤として反応器に塗布する方法が知られている。

【0004】ところが、これら従来のスケール付着防止剤を塗布する方法ではスチレン、アクリロニトリル、(メタ)アクリル酸エステル等の重合を行う際、皮膜物質のこれらの単量体に対する溶解度が大きいため、長期及び繰り返し使用における耐久性が十分とはいえない。また、これらの単量体を高濃度で使用する塊状重合や溶液重合では耐久性が更に低下する。また、溶出した皮膜物質が不純物となり、製品の品質を低下させる可能性がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、合成樹脂の製造において重合装置内のスケールの付着を防止し、長期あるいは繰り返し使用してもスケール付着防止機能が低下することの無い安定な皮膜を形成するための金属表面処理方法及びこの処理を施した重合装置及びこの装置を使用する重合体の製造方法を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、物理的、化学的に安定な皮膜について鋭意検討した結果、アルカリ金属の水酸化物の水溶液、又はアルカリ金属の水酸化物の水溶液に有機溶剤を混合してなる混合液（以下、処理液という）により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属表面を処理することにより、上記課題を解決出来ることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、本発明は、アルカリ金属の水酸化物の水溶液、又はアルカリ金属の水酸化物の水溶液に有機溶剤を混合してなる混合液で、PHが8以上からなる混合液により、ステンレス鋼または鉄を主成分とする金属の表面を50℃以上の温度で加熱処理（以下、表面処理という）して、皮膜を形成することを特徴とする金属表面の処理方法である。

【0008】処理液中のアルカリ金属の水酸化物の水溶液はPH8以上であれば、アルカリ金属の水酸化物の量に特に制限されないが、少な過ぎると、目的の皮膜を形成するには非常に長期間を要し、好ましくない。アルカリ金属の水酸化物の量は0.1重量%以上が好ましい。またPHが8以下では目的の皮膜を形成するには非常に長期間を要し、好ましくない。PHが9以上が好ましい。

【0009】処理温度は50℃以上で、好ましくは50～200℃、更に好ましくは90～180℃の範囲である。50℃未満では目的とする皮膜を形成するには非常に長期間を要し、好ましくない。また200℃以上の場合は、反応速度が早く、均一な皮膜や膜厚を制御することが難しくなり、好ましくない。

【0010】非水溶性液体（a）とアルカリ金属の水酸化物（b）の重量比は（a）：（b）＝100：0.01～10.0であり、好ましくは（a）：（b）＝100：0.1～5.0の範囲である。（b）が0.01未満の場合、目的とする皮膜を得るためには非常に長期間を要し、効率的ではない。また10.0以上の場合は、金属表面の腐食が早く、好ましくない。

【0011】表面処理液としては、アルカリ金属の水酸化物の水溶液そのものよりは、有機溶剤を添加した処理液の方が好ましい。有機溶剤を添加することで低濃度のアルカリ金属の水酸化物で均一な皮膜を得ることができる。しかし、アルカリ金属の水酸化物の水溶液のみで処理した場合、高濃度のアルカリ金属の水酸化物の水溶液で均一な皮膜を得ることができるが、この場合、装置に付随するシーリング材等の他の金属が腐食する恐れがあり、更には処理液の後処理、例えば中和処理等につきやす負荷が大きくなり、好ましくない。また低濃度のアルカリ金属の水酸化物の水溶液では反応温度が高温且つ反応時間を長時間要し、得られる皮膜も斑が多く、好ましくない。前記表面処理に続いて、更に非水溶性溶媒と接触せしめながら100～150℃で加熱処理すると、ス

ケール付着防止機能がより向上した皮膜が得られるのでより好ましい。

【0012】表面処理した反応器を用いてモノマーを重合しポリマーを得る場合、反応器表面にアルカリ金属の水酸化物が残存した場合、生成したポリマーの色調を悪くする場合がある。表面処理後に残存したアルカリ金属の水酸化物を除去することが好ましい。その方法は目的を達成出来る方法であれば特に制限はなく、水などのアルカリ金属の水酸化物を溶解する液体で溶解洗浄しても良く、また機械的な拭きあげなどで除去しても良い。

【0013】上記有機溶剤とは特に制限されるものではないが、例えばメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、アセトン、メチルエチルケトン、エチルベンゼン、トルエン、キシレン、シクロペンタノン、シクロヘキサノン、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、ジメチルスルホキシドなどが好ましく、またこれらの混合物でも良い。

【0014】上記アルカリ金属の水酸化物とは水酸化リチウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化マグネシウム、水酸化セシウムなどがあげられるが、好ましくは水酸化ナトリウムが用いられる。

【0015】上記ステンレス鋼とは、例えばSUS316、SUS316L、SUS304、SUS304L [JIS] といった、通常重合装置などに使用されているものであり、特にこれらに限定するものではない。

【0016】上記鉄を主成分とする金属とは、炭素鋼で、例えばSGP、STPG（38）、SB（42、46、46M）、SF（40、45、50）、SS（41）[JIS]などで、特にこれらに限定するものではない。

【0017】また本発明は、上記表面処理液による表面処理により金属表面に形成された皮膜層と、母材であるステンレス鋼または鉄を主成分とする金属からなる金属系複合材料である。更には合成樹脂を製造するための製造装置であって、重合反応器及び／又は反応器を出た重合体を含む液体が接触する部分の一部またはすべてが、上記の皮膜層と、母材であるステンレス鋼または鉄を主成分とする金属からなる金属系複合材料であることを特徴とする、合成樹脂の製造装置である。更にこの製造装置を使用することを特徴とする合成樹脂の製造方法である。

【0018】本発明における合成樹脂を製造するための製造装置とは、塊状重合、溶液重合、懸濁重合、乳化重合等の重合装置であり、連続的に重合体を製造する装置であっても、バッチ式の重合装置であっても良い。

【0019】本発明における合成樹脂とは、例えば、ポリスチレン、アクリロニトリルースチレン共重合体、PMMA、ABS樹脂、塩化ビニル、ポリオキシメチレン、ポリアミド、合成ゴム等、各種の単量体を重合して得られる樹脂のことである。

【0020】また、重合方法は塊状重合、溶液重合、懸濁重合、乳化重合等、重合方法にとらわれないが、本発明における表面処理で生成した皮膜は単量体及び重合溶媒として用いられる有機溶剤に対して優れた耐久性を有するため、スチレン、アクリロニトリル、(メタ)アクリル酸エステル、(メタ)アクリル酸、酢酸ビニル等の、従来のスケール付着防止用皮膜物質に対し溶解度の高い単量体を用いて溶液重合法、または塊状重合法によって重合する際に、特にその特徴を発揮する。

【0021】本発明における合成樹脂の製造装置とは、原料タンク、移送配管、ポンプ、反応器、樹脂精製回収装置等があげられる。

【0022】重合反応器に表面処理により上記皮膜を形成する場合には、重合溶液が接触する部分、例えば重合反応器内壁、攪拌翼、攪拌シャフト、ボルト、ナット等に限らず、重合体スケールが付着する可能性のある部分に、表面処理を施して上記皮膜を形成することが望ましい。

【0023】また原料や反応器を出た重合体を含む液体が接触する部分とは、例えば反応器を出た重合体を含む液体を、他の反応器や他の工程に移送する配管や、未反応モノマーや溶媒等の除去装置、バルブ、ポンプ、コンデンサー、モノマータンク等が挙げられる。

【0024】本発明の表面処理を製造装置に施す手順は特に限定されるものではないが、例えば次ぎの様な手順で実施出来る。

【0025】最初に製造装置内に表面処理液を張り込み、この液を攪拌や循環等により均一に混合し、熱媒等により所定の温度まで加熱する。続いて表面処理液を払い出し、更に非水溶性溶媒と接触せしめながら100～150℃で加熱処理して又はせずして、処理表面に残留したアルカリ金属の水酸化物を洗浄除去する。洗浄の方法は特に制限されるものではなく、アルカリ金属の水酸化物を溶解出来る液体を張り込んだ状態で攪拌、循環、静置等した後、装置から払い出す方法や、表面処理された装置表面を機械的に拭きあげて洗浄してもよい。

【0026】本発明の製造方法でいう不飽和ニトリル及び芳香族ビニル単量体を含む合成樹脂とは、不飽和ニトリル単量体がアクリロニトリル、メタクリロニトリル、芳香族ビニル単量体がスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン等からなる共重合体ポリマーをいい、これら単量体に共重合可能な単量体、例えば、ブチルアクリレート、メチルメタクリレート、ブチルメタクリレート、メチルアクリレート等の(メタ)アクリル酸エステルやN-フェニルマレイミド等を適宜添加してもよい。

【0027】また、重合開始剤として、有機過酸化物は、1,1-Bis(t-Butylperoxy) 3,3,5-trimethyl cyclohexane, 1,1-Bis(t-Butylperoxy) cyclohexane、t-Butylperoxy

benzoate、t-Butylperoxy 2-methyl hexanoate、Di-t-Butylperoxide、t-Butylperoxy isopropyl mono-carbonate等、アゾ開始剤は、2,2'-Azobis-isobutyronitrile、2,2'-Azobis-2-methylbutyronitrile、1,1'-Azobis-1-cyclohexane carbonitrile等を用いることができ、これらに限定するものではないが、重合体のスケール防止には特にアゾ開始剤が良い。

【0028】

【実施例】以下、実施例により本発明を詳細に説明する。

処理液のPH測定：ペーハー試験紙でPHを測定した。

【0029】重合体スケール付着防止剤皮膜の評価方法：反応器と同じ材質の5cm×3cmのテストピースを反応器内壁に取り付け、テストピースに形成された皮膜の状態を目視により観察すると共に、皮膜が形成されたテストピースの断面を走査型電子顕微鏡(SEM)により観察し、皮膜の厚みを測定した。

【0030】重合体スケール付着量の評価方法：60日間運転した後、反応器を開放し、反応器壁面の30cm×30cmの範囲に付着した重合体スケールを掻き取る。掻き取ったスケールのうち、メチルエチルケトン(MEK)可溶分を溶解、分離して除去する。残ったMEK不溶分を乾燥し、重量を測定した。

【0031】製品中のゲル濃度測定：110℃で1時間乾燥し、デシケーター中で冷却した孔径2.5 $\mu$ mのフィルターを重量(x)を予め秤量しておく。製品として得られた重合体約20g(y)をメチルエチルケトン(MEK)に5重量%の濃度で溶解し、上記フィルターにより濾過する。フィルターを110℃で1時間乾燥し、デシケーター中で冷却し、重量(z)を秤量する。重量増加から製品中のMEK不溶分(ゲル)を(2)式により算出する。

$$(z) - (x)$$

$$(\text{ゲル濃度ppm}) = \frac{(z) - (x)}{(y)} \times 10^6 \quad (2)$$

【0032】製品の色調測定：製品として得られた重合体から、縦5cm×横9cm×厚さ2.5mmの成形品を成形し、その成形品4枚を厚み方向に重ね、JISK 7105-1981に準拠した方法によりイエローインデックス(Y.I)を測定した。

【0033】(実施例1～10)ステンレス鋼316よりなる100Lの反応器を用い、表-1に示す処理液、処理温度、処理時間で反応器内壁を表面処理した。処理液を排出後、水洗し、反応器表面の皮膜の形成状態を観察した。結果を表1に示す。

【0034】(実施例11) 鋼材(SS41)よりなる100Lの反応器を用い、表-1に示す処理液、処理温度、処理時間で反応器内壁を表面処理した。処理液を排出後、水洗し、反応器表面の皮膜の形成状態を観察した。結果を表1に示す。

【0035】(比較例1) 表面処理温度を25℃で実施した以外は、実施例2と同様の方法で反応器内壁を表面処理し、反応器表面の皮膜の形成状態を観察した。結果を表1に示す。

【0036】(比較例2) 表面処理温度を25℃で実施した以外は、実施例7と同様の方法で反応器内壁を表面処理し、反応器表面の皮膜の形成状態を観察した。結果を表1に示す。

【0037】(比較例3) ステンレス鋼316よりなる100Lの反応器を用い、表-1に示す処理液、処理温度、処理時間で反応器内壁を表面処理した。処理液を排出後、水洗し、反応器表面の皮膜の形成状態を観察した。結果を表1に示す。

【0038】(実施例12) 実施例1の方法で表面処理した反応器を用い、重合温度135℃、モノマーとしてアクリロニトリル21wt. %、スチレンモノマー49wt. %、重合溶媒30wt. %、重合開始剤としてt-B utylperoxy isopropylmono-carbonate 0.03重量部使用し、アクリロニトリル-スチレン共重合体を連続溶液重合により製造し、製品中のゲル濃度が30ppm以下の製品が得られる期間、60日間運転した後の反応器壁面への重合体スケール付着量、製品の色調を測定、また皮膜の状態を観察、結果を表2に示す。

【0039】(実施例13) 実施例5の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例12と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0040】(実施例14) 実施例6の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例12と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0041】(実施例15) 実施例7の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例12と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0042】(実施例16) 重合開始剤として、1, 1

-Bis(t-Butylperoxy)3, 3, 5-trimethylcyclohexaneを用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0043】(実施例17) 重合開始剤として、2, 2'-Azobis-2-methylbutyronitrileを用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0044】(実施例18) 重合開始剤として、t-B utylperoxy2-ethylhexanoateを用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0045】(実施例19) 重合開始剤として、t-B utylperoxybenzoateを用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0046】(実施例20) 実施例15の方法で、重合開始剤を使用せず、重合温度150℃にした以外は、同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0047】(実施例21) 実施例8の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0048】(実施例22) 実施例11の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0049】(比較例4) 表面処理をしない、バフ400番をかけた反応器を用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0050】(比較例5) 比較例1の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0051】(比較例6) 比較例2の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【0052】(比較例7) 比較例3の方法で表面処理した反応器を用いた以外は、実施例15と同様の方法で実施した。結果を表-2に示す。

【表1】

表-1

	組成 (重量%)							PH	処理温度 ℃	処理時間 hr	皮膜		
	A	B	C	D	E	F	G				色	厚さ(μm)	表面状態
実施例 1	0	0	0	0	0	2.0	88.0	>9	180	16	褐色	0.1~0.2	○
実施例 2	0	0	0	0	0	5.0	95.0	>9	150	16	黒色	0.6	◎
実施例 3	0	0	0	0	0	5.0	95.0	>9	150	4	黒色	0.6	◎
実施例 4	0	0	0	0	0	20.0	80.0	>9	150	16	黒色	1.4	◎
実施例 5	0	0	0	0	0	20.0	80.0	>9	100	16	黒色	0.9	◎
実施例 6	98	0	0	0	0	1.0	1.0	>9	150	16	黒色	0.6	◎
実施例 7	89	9	0	0	0	1.0	1.0	>9	150	16	黒色	1.1	◎
実施例 8	49	10	40	0	0	0.5	0.5	>9	150	8	黒色	0.7	◎
実施例 9	0	0	0	60	30	2.0	8.0	>9	150	16	褐色	0.1~0.3	○
実施例 10	80	19	0	0	0	0.3	0.7	>9	150	30	褐色	0.7	◎
実施例 11	89	9	0	0	0	1.0	1.0	>9	150	16	黒色	1.2	◎
比較例 1	0	0	0	0	0	5.0	95.0	>9	25	16	皮膜形成せず		
比較例 2	89	9	0	0	0	1.0	1.0	>9	25	16	皮膜形成せず		
比較例 3	0	18	80	0	0	0.3	0.7	8>	150	16	皮膜形成せず		

A: シクロヘキサノン  
B: モノエタノールアミン  
C: ジメチルスルホキシド  
D: エチルベンゼン  
E: 2-ブタノール  
F: 水酸化ナトリウム  
G: 水

◎: 皮膜が均一  
○: 皮膜に若干斑有り

【0053】

【表2】

表-2

	期間 *1	ゲル付着量 *3	Y. 1	皮膜の状態
	日数	g		
実施例 1 2	40	1.8	5.1	変化なし
実施例 1 3	≥60 *2	0.4	4.2	変化なし
実施例 1 4	50	0.9	4.7	変化なし
実施例 1 5	56	0.7	4.1	変化なし
実施例 1 6	54	0.9	4.2	変化なし
実施例 1 7	≥60	0.2	3.2	変化なし
実施例 1 8	≥60	0.6	3.7	変化なし
実施例 1 9	53	0.9	4.1	変化なし
実施例 2 0	≥60	0.4	3.2	変化なし
実施例 2 1	52	0.7	4.1	変化なし
実施例 2 2	56	0.7	4.3	変化なし
比較例 4	4	18.5	6.8	—
比較例 5	5	16.5	6.2	—
比較例 6	5	14.5	6.1	—
比較例 7	6	14.2	6.2	—

\*1: 期間とは、製品中のゲル濃度が30ppm以下の製品が得られる期間を表す。  
\*2: 製造期間中、製品中のゲル濃度が30ppmに満たなかった。  
\*3: 重合体のスケール付着量を表す。

【0054】

【発明の効果】本発明の金属表面処理方法により、金属の表面に均一に物理的、化学的に安定な皮膜を有する金属系の複合材料を得ることができ、この材料を重合装置の表面に施すことにより、重合体のスケール付着を長期

にわたって防止できる。皮膜の状態は重合実施後においても変化は無いため、長期または繰り返し使用しても、その効果を発揮することが出来る。また、本発明の皮膜を有する製造装置において、ゲルの混入が少なく、且つ色調が良好な合成樹脂を得ることが出来る。

フロントページの続き

(72)発明者 品田 知宏  
神奈川県川崎市川崎区夜光1丁目3番1号  
旭化成工業株式会社内

F ターム(参考) 4J011 BB01 BB09 EB02 EB03 EB05  
4K022 AA02 AA51 BA05 BA28 BA34  
DA06 DB01 DB24 EA01  
4K026 AA02 AA04 BB08 CA15 CA36  
CA37 DA13 DA15 EB11